



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

<p>(51) 国際特許分類7 C30B 15/30</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 <div style="text-align: right;">WO00/40786</div></p> <p>(43) 国際公開日 <div style="text-align: right;">2000年7月13日(13.07.00)</div></p>		
<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> <p>(21) 国際出願番号 <div style="text-align: right;">PCT/JP99/06815</div></p> <p>(22) 国際出願日 <div style="text-align: right;">1999年12月6日(06.12.99)</div></p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/372793 1998年12月28日(28.12.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)(JP/JP) 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 飯野栄一(IINO, Eiichi)(JP/JP) 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gumma, (JP) 北川幸司(KITAGAWA, Kouji)(JP/JP) 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima, (JP)</p> </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> <p>(74) 代理人 好宮幹夫(YOSHIMIYA, Mikio) 〒111-0041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p> </td> </tr> </table>			<p>(21) 国際出願番号 <div style="text-align: right;">PCT/JP99/06815</div></p> <p>(22) 国際出願日 <div style="text-align: right;">1999年12月6日(06.12.99)</div></p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/372793 1998年12月28日(28.12.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)(JP/JP) 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 飯野栄一(IINO, Eiichi)(JP/JP) 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gumma, (JP) 北川幸司(KITAGAWA, Kouji)(JP/JP) 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima, (JP)</p>	<p>(74) 代理人 好宮幹夫(YOSHIMIYA, Mikio) 〒111-0041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>
<p>(21) 国際出願番号 <div style="text-align: right;">PCT/JP99/06815</div></p> <p>(22) 国際出願日 <div style="text-align: right;">1999年12月6日(06.12.99)</div></p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/372793 1998年12月28日(28.12.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)(JP/JP) 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 飯野栄一(IINO, Eiichi)(JP/JP) 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gumma, (JP) 北川幸司(KITAGAWA, Kouji)(JP/JP) 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima, (JP)</p>	<p>(74) 代理人 好宮幹夫(YOSHIMIYA, Mikio) 〒111-0041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>			
<p>(54)Title: METHOD FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL AND PULLING DEVICE</p> <p>(54)発明の名称 単結晶の製造方法および引上げ装置</p> <p>(57) Abstract</p> <p>A method for producing a single crystal and a pulling device characterized in that the temperature at and around the tip of the connection part connecting a wire for pulling a single crystal by the Czochralski method to a seed crystal holder is always below 1200 °C or, further, 800 °C. The material of the wire is one kind selected from among tungsten, stainless steel, and molybdenum. According to the invention, a pulling method and a pulling device are provided in which the temperature at and around the tip of the connection part connecting a wire to a seed crystal holder is so adjusted so as to be below the temperature at which degradation of the material of the wire starts during the period from the seeding for single crystal growth to the early stage of the pulling.</p>				

(57)要約

チヨクラルスキー法によるワイヤを用いた単結晶の引上げにおいて、該ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が、常に1200℃さらには800℃を越えないようにすることを特徴とする単結晶の製造方法と引上げ装置であって、前記ワイヤの材質を、タングステン、ステンレススチール、モリブデンの内から選択される1種とする。本発明によれば、単結晶育成の種付けから引上げの初期段階において、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が、ワイヤの材質劣化が始まる温度を越えないように調整して引上げる方法と引上げ装置を提供することができる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AG	アンティグア・バーブーダ	DZ	アルジェリア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AL	アルバニア	EE	エストニア	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AU	オーストラリア	FR	フランス	LS	レソト	SK	スロヴァキア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BE	ベルギー	GE	グルジア	MA	モロッコ	TD	チャード
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴ
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BJ	ベナン	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BR	ブラジル	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TR	トルコ
BY	ベラルーシ	GW	ギニア・ビサオ		共和国	TT	トリニダード・トバゴ
CA	カナダ	HR	クロアチア	ML	マリ	TZ	タンザニア
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CH	スイス	IE	アイルランド	MW	マラウイ	US	米国
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CM	カメルーン	IN	インド	MZ	モザンビーク	VN	ヴェトナム
CN	中国	IS	アイスランド	NE	ニジェール	YU	ユーゴスラヴィア
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NL	オランダ	ZA	南アフリカ共和国
CU	キューバ	JP	日本	NO	ノールウェー	ZW	ジンバブエ
CY	キプロス	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド		
CZ	チェッコ	KG	キルギスタン	PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク	KR	韓国	RO	ルーマニア		

明 細 書

単結晶の製造方法および引上げ装置

5 技術分野

本発明は、チョクラルスキー法によって、多結晶原料を融解し、種結晶を多結晶の融液から引上げることにより単結晶を製造する方法およびその引上げ装置に関するものである。

10 背景技術

従来、半導体シリコン単結晶等の単結晶材料はチョクラルスキー法（以下、CZ法という。）によって、棒状単結晶として得る方法が広く用いられている。

このCZ法は、多結晶原料を融解し、種結晶を多結晶の融液から引上げる
15 ることにより単結晶を製造する方法であり、単結晶を引上げる手段として、シャフトを用いる方法とワイヤを用いる方法とがある。

近年、CZ法シリコン単結晶の大直径化と共に、結晶の高重量化が進んでいる。この結晶の高重量化に対しては、装置の耐荷重性の向上、太い直径によるネッキング、あるいはネッキングをしない新しい引上げ方法、結
20 晶を機械的に保持する方法等によって結晶を安全に無転位で引上げられることが提案されている。

このようなCZ法において、ワイヤで引上げる方法では、耐熱性に優れ、高強度のタングステンワイヤやステンレススチールワイヤあるいはモリブデンワイヤ等が使用されている。このワイヤの場合、結晶の高重量化に
25 応じて太いものを使用するのが通常である。

一方、ワイヤの引張り強度は、温度が上昇する程低下することが知られている。しかし、従来の小直径低重量の単結晶の引上げでは、ワイヤへの荷重が大きくなるころには、融液面からの距離が離れてワイヤの先端温度

は低下しているのでワイヤの切断、単結晶の落下等の事故につながる恐れは殆どなかった。

ところが、大直径高重量の単結晶を繰り返し引上げた場合、例えばタングステンワイヤの場合、材質の劣化や部分的なワイヤ切れが発生する様になってきた。

タングステンワイヤの引張り強度は、メーカーのカatalog値によれば、常温で 240 kgf/mm^2 あったものが、 1000°C では 100 kgf/mm^2 となり、ほぼ直線的に低下している。

本発明者等の実験によれば、ワイヤの温度が従来の小直径単結晶引上げ条件より高くなるような条件で繰り返し使用すると、ワイヤが高熱によって劣化し、強度が著しく低下することが判った。ワイヤ材質の劣化が始まる温度は、実測によれば 1200°C 以上であるが、従来の小直径単結晶を引上げる場合、この温度を越えることは殆どなかった。たとえ越えるようなことがあっても、短時間であったため、劣化したり、強度低下に至ることは殆どなかった。

しかし、結晶の大直径化に伴って単結晶引上げ装置の炉内温度分布が従来の小直径の場合とは変化し、ワイヤが高温に曝される時間がより長くなってきた。そのため、従来と同様の使用方法であっても、熱の影響は大きくなる傾向にあり、ワイヤが劣化するようになってきた。

発明の開示

本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、単結晶育成の種付けから引上げの初期段階において、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度がワイヤの材質劣化が始まる温度を越えないように調整して引上げる方法と引上げ装置を提供することを主目的とする。

本発明は、上記課題を解決するために為されたもので、チョクラルスキー法によるワイヤを用いた単結晶の引上げにおいて、該ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が、常に 1200°C を越えないようにする

ことを特徴とする単結晶の製造方法である。

このようにCZ法によるワイヤを用いた単結晶の引上げに際し、その初期段階の種付けから種絞り（ネッキング）に至るまでの間に、ワイヤの先端がシリコン融液面に最も接近する時を含めて、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度（以下、ワイヤの先端温度ということがある）を、
5 常に1200℃を越えないようにすれば、ワイヤの材質劣化も引張り強度の低下も回避することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に高重量の成長単結晶を安定して引上げることが可能となる。

この場合、ワイヤの材質を、タングステン、ステンレススチール、モリブデンの内から選択される1種とすることができる。
10

これら金属、合金は、不活性ガス雰囲気下、高温における材質劣化や強度低下が比較的少なく、単結晶引上げ用ワイヤとして充分機能するものであり、特に前記1200℃以下とすれば、確実に劣化することを抑制できる。

そして、本発明は、ワイヤの先端温度が1200℃を越えないようにするために、種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて調整することを特徴とする単結晶の製造方法である。
15

このように、種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて調整し、常にワイヤの先端温度が1200℃を越えないようにすれば、ワイヤの材質劣化も引張り強度の低下も回避することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に高重量の成長単結晶を安定して引上げることができる。
20

例えば大直径単結晶を引上げる場合の炉内温度分布は、小直径単結晶を引上げる場合の炉内温度分布と異なり、融液面から上部の温度が、その距離に応じて小直径単結晶引上げ時よりも数十℃から100℃以上高温になり、そこに曝されるワイヤは、材質劣化や強度低下を引き起こし易くなっている。そこで種結晶保持具および／または種結晶の長さを長く調整して、種付け時の融液面に最接近する場合も含めて常にワイヤの先端が12
25

0 0 °Cを越えないようにしておけば、ワイヤの材質劣化や強度低下を防止することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に高重量の成長単結晶を安定して引上げることが可能となる。

そして、本発明は、チョクラルスキー法による単結晶引上げ装置において、ワイヤにつながる種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて、ワイヤの先端温度が1 2 0 0 °Cを越えないように調整した種結晶保持具および種結晶を備えたことを特徴とする単結晶引上げ装置である。

このように、ワイヤにつながる種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が1 2 0 0 °Cを越えないように調整した種結晶保持具および種結晶を備えた単結晶引上げ装置を構成すれば、種付け時の融液面に最接近する場合も含めて常にワイヤの先端が1 2 0 0 °Cを越えないようになり、ワイヤの材質劣化や強度低下を防止することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に成長単結晶を安定して引上げることができる単結晶引上げ装置となる。

また、本発明は、チョクラルスキー法によるワイヤを用いた単結晶の引上げにおいて、該ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が、常に8 0 0 °Cを越えないようにすることを特徴とする単結晶の製造方法である。

このようにC Z法によるワイヤを用いた単結晶の引上げに際し、その初期段階の種付けから種絞り（ネッキング）に至るまでの間に、ワイヤの先端がシリコン融液面に最も接近する時を含めて、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度を、常に8 0 0 °Cを越えないようにすれば、ワイヤの材質劣化も引張り強度の低下もほとんど回避することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に高重量の成長単結晶を安定して引上げることが可能となる。

そして、本発明は、ワイヤの先端温度が8 0 0 °Cを越えないようにする

ために、種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて調整することを特徴とする単結晶の製造方法である。

このように、種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて調整し、常にワイヤの先端温度が800℃を越えないようにすれば、ワイヤの材質劣化も引張り強度の低下もほとんど回避することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に高重量の成長単結晶を安定して引上げることができる。

そして、本発明は、チョクラルスキー法による単結晶引上げ装置において、ワイヤにつながる種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が800℃を越えないように調整した種結晶保持具および種結晶を備えたことを特徴とする単結晶引上げ装置も提供される。

このように、ワイヤにつながる種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が800℃を越えないように調整した種結晶保持具および種結晶を備えた単結晶引上げ装置を構成すれば、種付け時の融液面に最接近する場合も含めて常にワイヤの先端が800℃を越えないようになり、ワイヤの材質劣化や強度低下をほとんど防止することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に成長単結晶を安定して引上げることができる単結晶引上げ装置となる。

本発明によれば、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が、常に1200℃好ましくは800℃を越えないようにしたことにより、近年の大直径高重量単結晶引上げ時に問題となっていたワイヤの材質劣化、引張り強度の低下等、あるいはそれらに伴うワイヤの切断、単結晶の落下等の事故につながる恐れは殆どなくなった。従って、ワイヤ方式による種結晶の保持が安全確実なものとなり、大直径高重量の成長単結晶を支持しても単結晶の引上げを安定的かつ効率的に行うことができる。

また、ワイヤの反復使用が可能となり交換頻度が減少したため、操業の

安全性を高めると共に、コストを大きく改善することができる。

図面の簡単な説明

図 1 は、ワイヤと種結晶保持具と種結晶の結合状態の一例を示す縦断面
5 説明図である。

図 2 は、単結晶引上げ装置の炉内温度分布の一例を示す説明図である。

図 3 は、本発明の方法が適用される単結晶引上げ装置の一例を示す概略
説明図である。

図 4 は、各テストで用いたワイヤと種結晶保持具と種結晶の結合状態を
10 示す縦断面説明図である。

図 4 (A); 通常の種結晶保持具を用いた場合、

図 4 (B); 保持具本体を分け、その間に短いスペーサを設けた場合、

図 4 (C); 保持具本体を分け、その間に長いスペーサを設けた場合。

15 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明について詳述するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明者らは、大直径単結晶引上げ時に発生し易いワイヤの材質劣化、強度低下の原因を調査検討した結果、主として、融液面から上部にかけて
20 の炉内温度分布が、小直径単結晶引上げ時と比較して数十℃ないし 100℃以上高くなっており、また、その高温帯域にワイヤが曝される時間が長いために、ワイヤの材質劣化、強度低下が起こっていることが判明し、これを解決するには種結晶保持具および／または種結晶の長さを長くしてワイヤの先端温度が材質劣化の始まる温度以下になるようにすればよい
25 ことを見出し、諸条件を見極めて本発明を完成させたものである。

まず、本発明が適用される単結晶引上げ装置に設けられた、引上げ用ワイヤの先端に結合した種結晶を保持する種結晶保持具について、その一例を添付した図面にもとづき説明する。

図 1 は、カシメ結合型種結晶保持具の縦断面説明図である。

図 1 に示したように、このカシメ結合型種結晶保持具 6 は、カーボン製保持具本体 10 と保持具本体 10 に螺合する縦込みプラグ 9 とで構成されている。そして、保持具本体 10 の下部に設けた縦穴に種結晶 5 の一端 5 を挿入し、種結晶と直交する方向からピン 13 を打ち込んで種結晶 5 を固定している。ワイヤ 7 との結合方法は、プラグ 9 の中心縦孔に上からワイヤ 7 を通し、さらにプラグ内穴 14 の上部半球面に摺り合う球状体 11 の中心縦孔を通ったワイヤ 7 の先端にスリーブ 12 を被せ、これをカシメて結合部先端を形成して結合している。

- 10 結合方法の別の例としては、プラグ内穴 14 内でワイヤ 7 の先端をループ状に形成し、プラグの外からピンを打ち込んでワイヤを種結晶保持具に係止する方法等もある（不図示）。

ところでここで問題になるのが、大直径高重量の単結晶を繰り返し引上げた場合に、例えばタングステンワイヤを使用すると、材質の劣化や部分的なワイヤ切れが発生する様になってきたことである。この原因は、前記ワイヤの種結晶保持具内におけるカシメ結合部先端あるいはループ状先端近傍およびプラグ 9 内やこれに近接する部分の温度が、従来の小直径単結晶引上げの場合と比較して高温になって来たためではないかと考えられる。

- 20 逆に、従来の小直径低重量の単結晶の引上げでは、ワイヤへの荷重が大きくなるころには、融液面からの距離が離れてワイヤの先端温度は低下しているのでワイヤの切断、単結晶の落下等の事故に繋がる恐れは殆どなかったと思われる。

従って、ワイヤの先端温度を、常にワイヤ材質の劣化が始まる温度を越え 25 えないように維持するようにすれば、ワイヤの劣化、強度低下、切断事故を防止することができ、大直径・高重量の成長単結晶を安全確実に引き上げることができるようにすると想到した。

そこで、まず、単結晶引上げ装置の炉内温度分布を、従来の小直径単結

晶引上げ条件で引上げた場合と、大直径単結晶引上げ条件で引上げた場合について測定して比較した。またワイヤの劣化状態を調査した。

(テスト1)

小直径単結晶引上げ条件は、直径150mm(6インチ)のシリコン単結晶を直径450mm(18インチ)の石英ルツボ内のシリコン多結晶融液から成長速度1mm/minで引上げた。

ここで、前記図1に示した種結晶保持具の寸法を、a(プラグ突出部の長さ)=30mm、b(保持具本体の長さ)=60mm、c(種結晶突出部の長さ)=40mmとした。従って、ワイヤ先端がシリコン融液面に最接近した時の融液面からワイヤ先端までの距離d(mm)は、およそ $d = b + c = 100$ (mm) となる。ワイヤは、タングステンワイヤを使用した。

大直径単結晶引上げ条件は、直径250mm(10インチ)のシリコン単結晶を直径750mm(30インチ)の石英ルツボ内のシリコン多結晶融液から成長速度1mm/minで引上げた。

炉内温度分布の測定結果を図2(融液表面の中心で1420℃の時)に示す。図2から明らかなように、シリコン融液面から高さ方向の距離が同じであれば、大直径の場合の方が高い温度域にあることが判る。

一方、ワイヤの劣化状態は、次のようになった。

前記小直径単結晶引上げ条件の場合には、単結晶を20本製造した後の外観検査では異常はなく、引張り強度も使用前の90%を保持していた。この場合、ワイヤの先端温度は、図2から融液面に最接近時(100mm)に約1150℃であったことが判る。

前記大直径単結晶引上げ条件の場合には、単結晶を20本製造した後の外観検査ではワイヤ(多数の細線を燃ったもの)を構成する細線が5本切れていた。また、ワイヤの引張り強度試験を行ったところ、小直径の場合よりも約60%低下していた。この場合、ワイヤの先端温度は、図2から融液面に最接近時(100mm)に約1210℃(単結晶を20本製造時

の実測平均値：1220℃）であったことが判る。

従って、ワイヤの先端温度が1200℃を越える条件で使用した場合は、材質劣化が起こり易いことが判った。

尚、引張り強度の測定は以下のように行った。

- 5 まず、ワイヤの高温暴露部分の引張り強度を測定するために、ワイヤ先端部から50cmの位置で切断し、切断した側を、カシメ金具により輪状に端末処理して、ワイヤ先端部から輪状端末の先端までの長さが40cm程度になるように加工した。

- 10 このワイヤの強度試験には、TCM-2000型万能引張試験機（ミネベア製）を使用し、引張試験機の一方向のチャッキングロッドには、輪状に端末処理した側を保持する接続具を装着し、もう一方のチャッキングロッドには、ワイヤ先端のカシメ金具を保持する接続具を装着してワイヤをセットした。

- 15 強度試験は、室温で行い、引張り速度は10mm/minとして、破断荷重を測定した。

（テスト2）

- 20 次に、大直径の場合に、ワイヤの先端温度が1200℃を越えない条件として、長さbを100mmに延長した種結晶保持具を使用し、種付け時に融液面からタングステンワイヤの先端までの距離dを140mmとして大直径の条件で単結晶を20本引上げたところ、ワイヤの材質劣化もワイヤの切断も発生しなかった。この場合、ワイヤの先端温度は、図2から融液面に最接近時（140mm）に約1150℃であったことが判る。

- 25 以上のテストの結果、大直径単結晶を引上げる場合には、融液面からワイヤの先端までの距離を大きくしてワイヤ先端の高温被曝を避けなければならないことが判った。

具体的には、ワイヤの先端温度が1200℃を超えないように、好ましくは、ワイヤの先端温度を1150℃以下となるようにすれば、単結晶を20本製造した後にも、使用前の90%の引張り強度を確保することが可

能となる。

以上のように、単結晶を製造する際にワイヤの先端温度が1200℃を超えないようにすれば、ワイヤの材質劣化や引張り強度の大幅な低下を回避することが可能であるが、ワイヤの先端温度が1200℃以下とした場合にも、使用前と比較して10%の引張り強度の低下が発生している。

しかしながら、商業的に大量の単結晶を製造する際には、使用中あるいは使用後のワイヤの引張り強度の低下が安定して極めて小さいことが望ましいことは言うまでもない。

以上の結果から、本発明者等は、上記の10%の引張り強度の低下の原因は、高温帯域で高重量の成長単結晶による引張り荷重と成長単結晶を回転駆動するための捻り荷重を受けたことによる金属疲労によるものであると考えた。

(テスト3)

そこで、融液面に最接近時のワイヤの先端温度が、1150℃、1000℃及び800℃となるように、図4(B)あるいは図4(C)に示すようにして種結晶保持具の長さを調整した。それぞれ10本のタングステンワイヤを使用し、1本のワイヤ当たり20本の単結晶を引上げ、使用後のワイヤの引張り強度を確認した。

以上の結果を下記の表1に示す。ただし、表1の値は、未使用のワイヤの引張り強度を100%とした相対値で示したものである。

(比較例)

融液面に最接近時のワイヤの先端温度が、1220℃となるように、図4(A)に示すようにして種結晶保持具の長さを調整し、1本のタングステンワイヤを使用した以外は(テスト3)と同様にして、使用後のワイヤの引張り強度を確認した。

この結果は表1に示す。

表 1

	ワイヤ先端部温度 (最高温度)	平均引張り強度 (使用後/使用前) (%)	標準偏差 (%)
比較例	1 2 2 0℃	3 6 n = 1 本	—
テスト 3	1 1 5 0℃	8 9 . 8 n = 1 0 本	1 . 1 4
	1 0 0 0℃	9 4 . 9 n = 1 0 本	0 . 8 6
	8 0 0℃	9 8 . 1 n = 1 0 本	0 . 5 5

表 1 から明らかなように、ワイヤの先端温度が 1 2 2 0℃とした場合は
 5 使用前の 3 6 %であるのに対して、ワイヤの先端温度を 1 1 5 0℃とした
 場合には平均して使用前の約 9 0 %、1 0 0 0℃とした場合には 9 5 %、
 8 0 0℃とした場合には 9 8 %の引張り強度となっており、また 1 0 本の
 ワイヤでの引張り強度のバラツキも、より低温で使用したワイヤの方が小
 さくなることが判る。

- 10 従って、ワイヤの先端温度が 8 0 0℃を超えないようにすれば、引張り
 強度の低下は安定して極めて小さく、またワイヤの材質劣化も回避するこ
 とができる。

- 次に、高温域を引上げ操作の面から見ることにする。C Z 法によるワイ
 ヤを用いた単結晶の引上げに際し、その初期段階の操作は、種付けのため
 15 にワイヤの先端に結合する種結晶保持具に保持された種結晶を降下させ
 て 1 4 2 0℃以上の高温になっているシリコン融液面に接触または浸漬
 させる。その後上昇に転じ、熱衝撃により発生する転位を消滅させるため
 に、一旦細い絞り部を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行ない、

次いで所望の直径にまで拡張して単結晶を引上げることから成っている。

そしてこの初期段階において、ワイヤの先端がシリコン融液面に最も接近する時間帯がワイヤにとって最大の高温域となる。従って、この高温域を含めて、ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度（以下、ワイヤの先端温度ということがある）を、常に 1 2 0 0 °C を越えないようにすれば、ワイヤの材質劣化も引張り強度の低下も回避することができ、更に好ましくは、ワイヤの先端温度を、常に 8 0 0 °C を越えないようにすれば、ワイヤの引張り強度の低下をほとんど回避することができる。そしてこのようにすれば、ワイヤの材質劣化も引張り強度の低下も回避することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に高重量の成長単結晶を安定して引上げることが可能となる。

具体的には、ワイヤ材質の劣化が始る温度が、例えばタングステンワイヤの場合、1 2 0 0 °C と実測されているので、ワイヤの先端温度が常に 1 2 0 0 °C を越えないよう、さらに安全を加味すれば、好ましくは 8 0 0 °C を越えないよう、種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内温度分布に応じて調整することになる。そしてこのようにすれば、ワイヤの材質劣化も引張り強度の低下も回避することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に高重量の成長単結晶を安定して引上げることができる。

この場合、ワイヤの材質を、タングステン、ステンレススチール、モリブデン等の内から選択される 1 種とすることができる。

これら金属、合金は、不活性ガス雰囲気下、高温における材質劣化や強度低下が比較的少なく、大直径単結晶引上げ用ワイヤとして充分機能するものである。そして、上記のように、1 2 0 0 °C 以下、さらには 8 0 0 °C 以下の温度で使用すれば劣化することは殆どない。

次に、本発明のチョクラルスキー法による単結晶引上げ装置を図 1、図 3 および図 4 に基づいて説明する。

C Z 法に用いられる単結晶引上げ装置の一例を図 3 に示す。図示したよ

うに、単結晶引上げ装置 30 は、チャンバー 31 内にシリコン融液 2 を収容するルツボ 32 を配置し、ルツボ 32 を回転させるルツボ支持軸 33 及び回転機構（図示せず）と、種結晶 5 を保持する種結晶保持具 6 と、種結晶保持具 6 を引き上げるワイヤ 7 と、ワイヤ 7 を回転または巻き取る巻取り機構（図示せず）とから構成されている。また、ルツボ 32 の周囲にはヒータ 34 を配置し、ヒータ 34 の外周には断熱材 35 を配置して単結晶を引上げる構造になっている。また、炉内温度分布を調節するために上部断熱材 8 を設けることもある。

本発明装置の特徴は、ワイヤ 7 につながる種結晶保持具 6 および／または
10 は種結晶 5 の長さを炉内の温度分布に応じて、ワイヤ 7 の先端温度が 1200℃を越えないように、更に好ましくは 800℃を超えないように調整した種結晶保持具 6 および／または種結晶 5 を備えていることである（図 1 及び図 4 参照）。

この種結晶保持具 6 および／または種結晶 5 の長さについては、先ず、
15 単結晶引上げ装置の規模（成長単結晶の直径基準）、炉内構造、引上げ条件（引上げ速度等）別に図 2 のような炉内温度分布を、実測するか、あるいは総合伝熱解析ソフトによりシミュレーションを行って求める。そしてワイヤの先端温度が 1200℃好ましくは 800℃を越えないような融液面 3 からの距離を割り出して種結晶保持具 6 および／または種結晶 5
20 の長さを決めることになる。

ここで決められた種結晶保持具 6 および／または種結晶 5 の長さは、図 4（B）あるいは図 4（C）のような種結晶保持具 6 によって調節することができる。

具体的に説明すると、単結晶引上げ装置 30 は種結晶 5 を保持する種結
25 晶保持具 6 と、種結晶保持具 6 を引き上げるワイヤ 7 を具備する。図 4（A）は図 1 の種結晶保持具 6 を用いた場合、図 4（B）は図 1 の保持具本体 10 を保持具本体上部分 10a と保持具本体下部分 10b に分け、これらの間に短いスペーサ 15 を設けた場合、図 4（C）は保持具本体上部分 10

a、下部分 10 b との間に長いスペーサ 15 を設けた場合である。

ここで、保持具本体 10 の長さは、本体自体の長さを任意に変えるようにすることもできるが、図 4 (B)、図 4 (C) に示すように、保持具本体 10 を保持具本体上部分 10 a、下部分 10 b に分け、これらの間にスペーサ 15 を設け、このスペーサ 15 の長さを変えることで種結晶保持具の長さを容易に調整することができる。また、保持具本体をさらに分けたり、スペーサを複数設けたりすることで、任意に種結晶保持具の長さを調節することもできる。

このように、ワイヤ 7 につながる種結晶保持具 6 および／または種結晶 5 の長さを炉内の温度分布に応じて、ワイヤ 7 の種結晶保持具 6 との結合部先端近傍の温度が 1200℃あるいは 800℃を越えないように調整した種結晶保持具 6 および種結晶 5 を備えた単結晶引上げ装置 30 を構成すれば、種付け時の融液面 3 に最接近する場合も含めて常にワイヤ 7 の先端が 1200℃あるいは 800℃を越えないようになり、ワイヤの材質劣化や強度低下を防止することができ、種結晶を安全確実に保持することができると共に高重量の成長単結晶を安定して引上げることができる単結晶引上げ装置 30 となる。

次に、上記単結晶引上げ装置 30 による単結晶育成方法を説明する。まず、ルツボ 32 内でシリコンの多結晶を融点以上に加熱して融解する。次に、ワイヤ 7 を巻き出して融液 2 の中心に種結晶 5 の先端を接触又は浸漬させる。次いで、ルツボ 32 を適宜の方向に回転させると共に、ワイヤ 7 を回転させながら巻取り、種結晶 5 を引き上げるにより単結晶育成が開始される。その後、引上げ速度と温度を適切に制御することによりほぼ円柱状の成長単結晶 1 を得ることができる。

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

例えば、本発明の実施形態では、直径 250 mm (10 インチ) のシリコン単結晶棒を育成しているが、近年の 300 mm (12 インチ) ~ 400 mm (16 インチ) あるいはそれ以上の大直径化にも十分対応することができる。

- 5 また、上記では C Z 法について説明してきたが、本発明の方法および装置が、いわゆる M C Z 法 (磁界下引上げ法) にも適用できることは言うまでもない。

- さらに、上記説明では、ワイヤ先端近傍の温度を 1200 °C あるいは 800 °C 以下とするのに、種結晶保持具および / または種結晶の長さを調整
10 したが、本発明はこれに限定されるものではない。例えば、炉内構造や、
操作条件等を変更して 1200 °C 以下あるいは 800 °C 以下としてもよい。

請 求 の 範 囲

1. チョクラルスキー法によるワイヤを用いた単結晶の引上げにおいて、
該ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が、常に1200℃を
5 越えないようにすることを特徴とする単結晶の製造方法。
2. 前記ワイヤの材質が、タングステン、ステンレススチール、モリブ
デンの中から選択される1種であることを特徴とする請求項1に記載し
た単結晶の製造方法。
3. 前記ワイヤの先端温度が、1200℃を越えないようにするために、
10 種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて調
整することを特徴とする請求項1または請求項2に記載した単結晶の製
造方法。
4. チョクラルスキー法による単結晶引上げ装置において、ワイヤにつ
ながる種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応
15 じて、ワイヤの先端温度が1200℃を越えないように調整した種結晶保
持具および種結晶を備えたことを特徴とする単結晶引上げ装置。
5. チョクラルスキー法によるワイヤを用いた単結晶の引上げにおいて、
該ワイヤの種結晶保持具との結合部先端近傍の温度が、常に800℃を越
えないようにすることを特徴とする単結晶の製造方法。
6. 前記ワイヤの先端温度が、800℃を越えないようにするために、
20 種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応じて調
整することを特徴とする請求項5に記載した単結晶の製造方法。
7. チョクラルスキー法による単結晶引上げ装置において、ワイヤにつ
ながる種結晶保持具および／または種結晶の長さを炉内の温度分布に応
25 じて、ワイヤの先端温度が800℃を越えないように調整した種結晶保
持具および種結晶を備えたことを特徴とする単結晶引上げ装置。

1 / 3

図 1

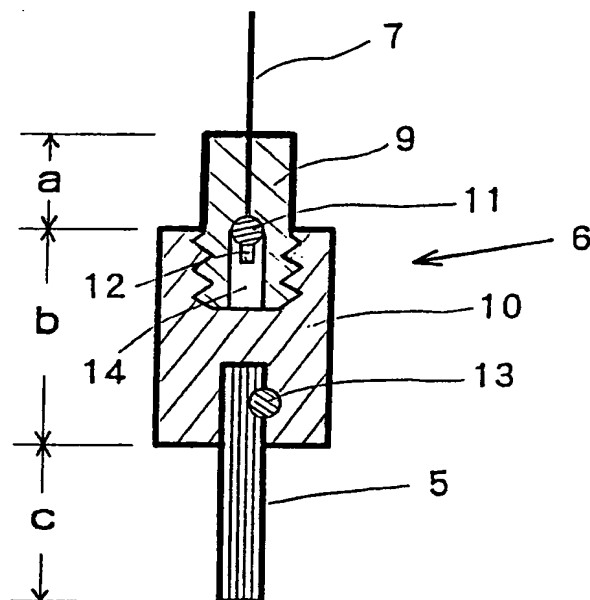


図 2

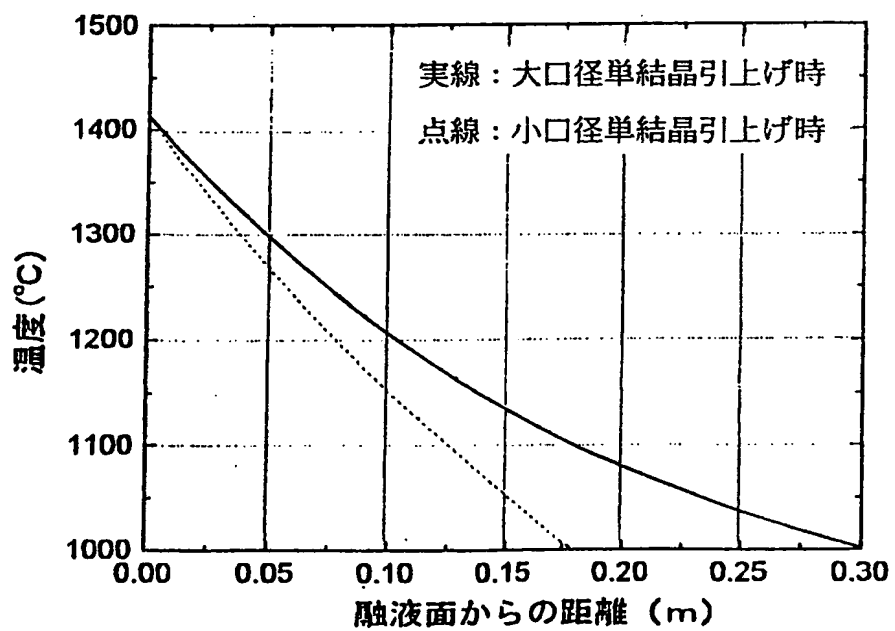


図 3

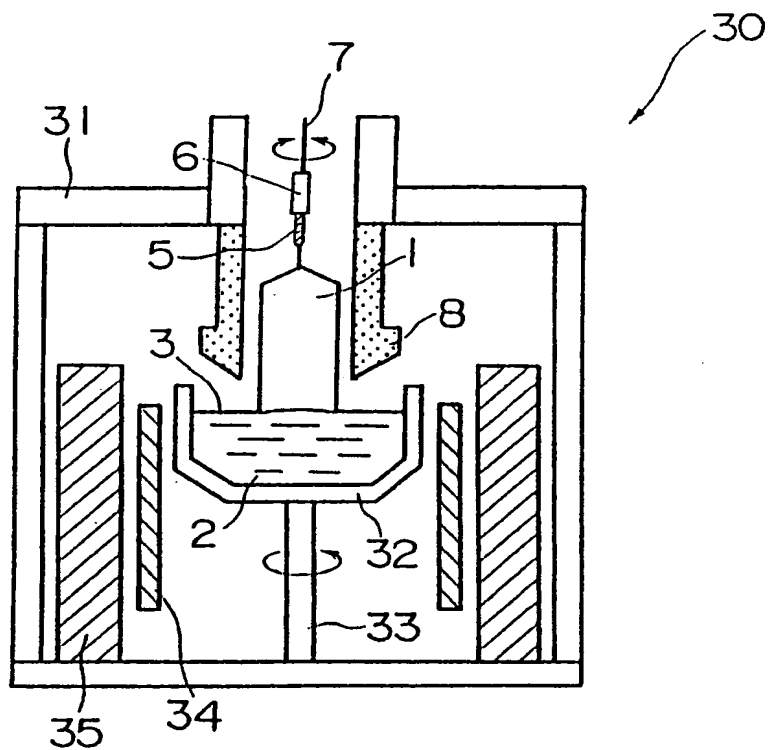


図 4 (A)

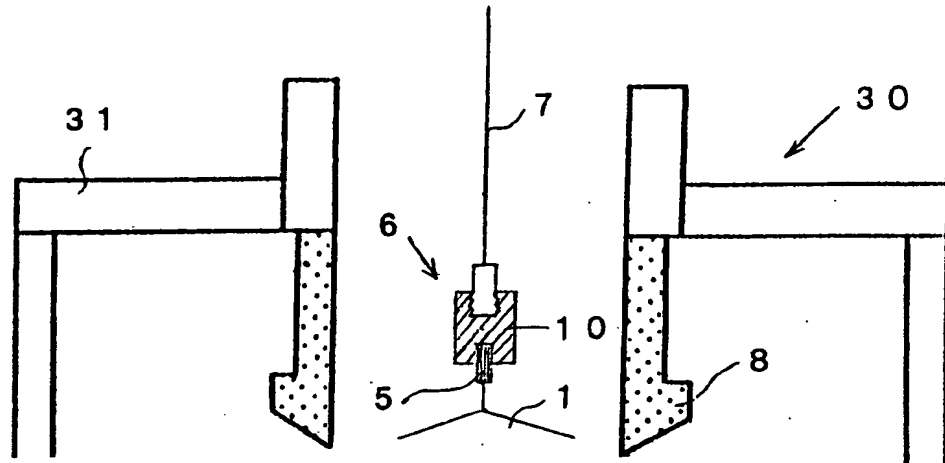


図 4 (B)

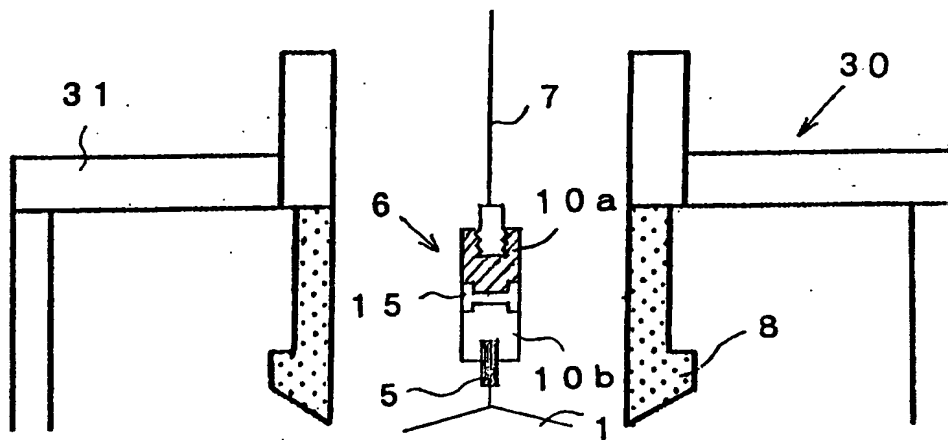
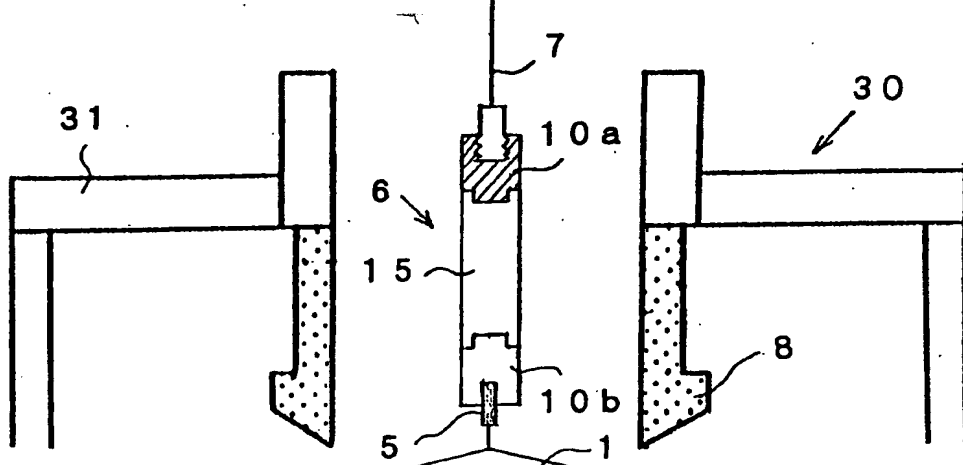


図 4 (C)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06815

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ C30B15/30		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁷ C30B1/00-35/00		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP, 63-206382, A (Fujitsu Limited), 25 August, 1988 (25.08.88), page 2, lower left column, lines 1 to 3 (Family: none)	1, 2, 5 3, 4, 6, 7
X Y	EP, 619387, A1 (Research Development Corporation of Japan), 12 October, 1994 (12.10.94), page 6, Example 2, Fig. 6, page 5, lines 32 to 34 & JP, 06-279172, A page 4, example 2; Fig. 6; page 4, left column, lines 34 to 41 & US, 5476064, A	1, 5 2
Y	JP, 09-208382, A (Sumitomo Sitix Corporation), 12 August, 1997 (12.08.97), page 3, left column, lines 41 to 42 (Family: none)	2
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 16 February, 2000 (16.02.00)		Date of mailing of the international search report 29 February, 2000 (29.02.00)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 99/06815

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. C 30 B 15/30

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. C 30 B 1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2000年
日本国登録実用新案公報 1994-2000年
日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	JP, 63-206382, A (富士通株式会社), 25. 8月. 1988 (25. 08. 88), 第2頁左下欄第1-3行 (ファミリーなし)	1, 2, 5 3, 4, 6, 7
X Y	EP, 619387, A1 (Research Development Corporation of Japan), 12. 10月. 1994 (12. 10. 94), 第6頁 Example 2, Fig. 6, 第5頁第32-34行 & JP, 06-279172, A, 第4頁実施例2, 図6, 第4頁左欄第34-41行 & US, 5476064, A	1, 5 2
Y	JP, 09-208382, A (住友チカックス株式会社), 12. 8月. 1997 (12. 08. 97), 第3頁左欄第41-42行 (ファミリーなし)	2

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

16. 02. 00

国際調査報告の発送日

29. 02. 00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十 棲 致

4 G

9 4 4 0

電話番号 03-3581-1101 内線 3416